



Institut luxembourgeois de la normalisation
de l'accréditation, de la sécurité et qualité
des produits et services

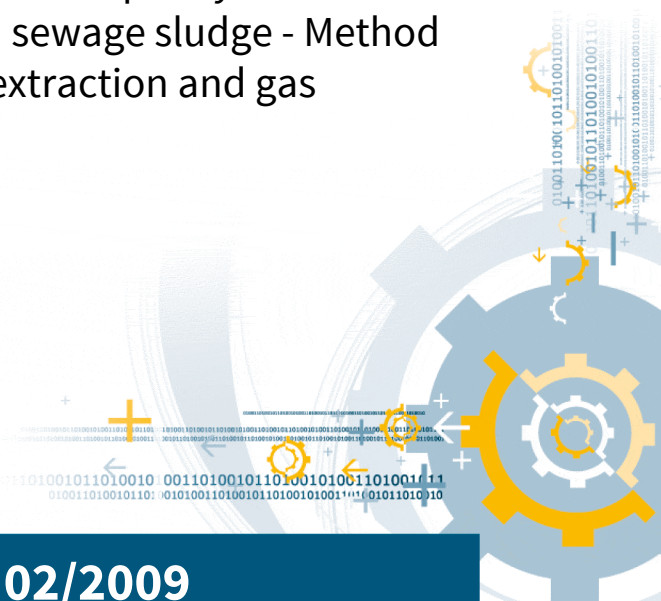
ILNAS-EN ISO 22032:2009

Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter polybromierter Diphenylether in Sediment und Klärschlamm - Verfahren mittels

Qualité de l'eau - Dosage d'une sélection
d'éthers diphényles polybromés dans
des sédiments et des boues d'épuration -
Méthode par extraction et

Water quality - Determination of selected
polybrominated diphenyl ethers in
sediment and sewage sludge - Method
using extraction and gas

02/2009



Nationales Vorwort

Diese Europäische Norm EN ISO 22032:2009 wurde als luxemburgische Norm ILNAS-EN ISO 22032:2009 übernommen.

Alle interessierten Personen, welche Mitglied einer luxemburgischen Organisation sind, können sich kostenlos an der Entwicklung von luxemburgischen (ILNAS), europäischen (CEN, CENELEC) und internationalen (ISO, IEC) Normen beteiligen:

- Inhalt der Normen beeinflussen und mitgestalten
- Künftige Entwicklungen vorhersehen
- An Sitzungen der technischen Komitees teilnehmen

<https://portail-qualite.public.lu/fr/normes-normalisation/participer-normalisation.html>

DIESES WERK IST URHEBERRECHTLICH GESCHÜTZT

Kein Teil dieser Veröffentlichung darf ohne schriftliche Einwilligung weder vervielfältigt noch in sonstiger Weise genutzt werden - sei es elektronisch, mechanisch, durch Fotokopien oder auf andere Art!

ICS 13.060.50

Deutsche Fassung

**Wasserbeschaffenheit - Bestimmung ausgewählter
polybromierter Diphenylether in Sediment und Klärschlamm -
Verfahren mittels Extraktion und
Gaschromatographie/Massenspektrometrie (ISO 22032:2006)**

Water quality - Determination of selected polybrominated
diphenyl ethers in sediment and sewage sludge - Method
using extraction and gas chromatography/mass
spectrometry (ISO 22032:2006)

Qualité de l'eau - Dosage d'une sélection d'éthers
diphényles polybromés dans des sédiments et des
boues d'épuration - Méthode par extraction et
chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de
masse (ISO 22032:2006)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 28. März 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Grundlage des Verfahrens	6
4 Störungen	6
5 Reagenzien und Standards.....	6
6 Geräte.....	8
7 Probennahme und Probenvorbereitung.....	9
8 Durchführung	9
9 Kalibrierung.....	12
10 Analysenbericht.....	16
Anhang A (informativ) Verfahren zur Extraktreinigung (Clean-up).....	17
Anhang B (informativ) Beispiele für Trennbedingungen in der Gaschromatographie und Massenspektrometrie.....	21
Anhang C (informativ) Typische Ionen und Zeitfenster für die Detektion nach Elektronenstoßionisierung	23
Anhang D (informativ) Beispiele für Chromatogramme und Spektren.....	24
Anhang E (informativ) Verfahrenskenndaten	29
Literaturhinweise	30

Vorwort

Der Text von ISO 22032:2006 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 147 „Water quality“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 22032:2009 durch das Technische Komitee CEN/TC 230 „Wasseranalytik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis August 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis August 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 22032:2006 wurde vom CEN als EN ISO 22032:2009 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Bei Anwendung der Norm ist im Einzelfall je nach Aufgabenstellung zu prüfen, ob und inwieweit die Festlegung von zusätzlichen Randbedingungen erforderlich ist.

WARNUNG — Anwender dieser Internationalen Norm sollten mit der üblichen Laborpraxis vertraut sein. Diese Norm gibt nicht vor, alle unter Umständen mit der Anwendung des Verfahrens verbundenen Sicherheitsaspekte anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, angemessene Sicherheits- und Schutzmaßnahmen zu treffen und sicherzustellen, dass diese mit nationalen Festlegungen übereinstimmen.

WICHTIG — Es ist erforderlich, bei den Untersuchungen nach dieser Norm Fachleute oder Facheinrichtungen einzuschalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren für die Bestimmung ausgewählter polybromierter Diphenylether (PBDE) (siehe Bild 1 und Tabelle 1) in Sedimenten und Schlämmen mithilfe der Gaschromatographie und massenspektrometrischen Detektion (GC-MS) nach Elektronenstoßionisierung (EI) oder negativer chemischer Ionisierung (NCI) fest.

Wird die GC-EI/MS angewendet, ist das Verfahren für Proben anwendbar, die 0,05 µg/kg bis 25 µg/kg der Tetra- bis Octabromkongenere enthalten bzw. 0,3 µg/kg bis 100 µg/kg des Decabromdiphenylethers (BDE-209). Etwa ein Zehntel dieser Konzentrationen können quantifiziert werden, wenn die GC-NCI/MS verwendet wird. Das Risiko einer Fehlinterpretation durch interferierende Substanzen ist im EI-Modus wegen seiner höheren Spezifität geringer als im NCI-Modus. Auch andere polybromierte Diphenylether können nach dieser Internationalen Norm analysiert werden, jedoch sollte die Anwendbarkeit in jedem Fall geprüft werden.

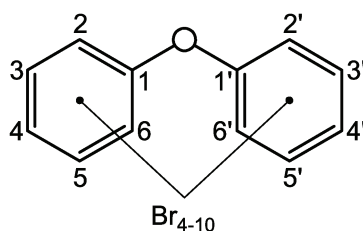


Bild 1 — Chemische Formel polybromierter Diphenylether

Tabelle 1 — PBDE-Kongenere, die mit diesem Verfahren bestimmt werden können

Nr	Kongener	Formel	Abkürzung ^a	Molare Masse g/mol
1	2,2',4,4'-Tetrabromdiphenylether	C ₁₂ H ₆ Br ₄ O	BDE-47	485,795 0
2	2,2',4,4',5-Pentabromdiphenylether	C ₁₂ H ₅ Br ₅ O	BDE-99	564,691 1
3	2,2',4,4',6-Pentabromdiphenylether	C ₁₂ H ₅ Br ₅ O	BDE-100	564,691 1
4	2,2',4,4',5,6'-Hexabromdiphenylether	C ₁₂ H ₄ Br ₆ O	BDE-154	643,587 2
5	2,2',4,4',5,5'-Hexabromdiphenylether	C ₁₂ H ₄ Br ₆ O	BDE-153	643,587 2
6	2,2',3,4,4',5,6-Heptabromdiphenylether	C ₁₂ H ₃ Br ₇ O	BDE-183	722,483 2
7	Decabromodiphenylether	C ₁₂ Br ₁₀ O	BDE-209	959,171 4

^a Bezeichnung analog der IUPAC-Nomenklatur für PCB.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 5667-13, *Water quality — Sampling — Part 13: Guidance on sampling of sludges from sewage and water-treatment works*

ISO 8466-1, *Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function*

3 Grundlage des Verfahrens

Extraktion der bromierten Diphenylether aus der getrockneten Probe mit einem organischen Lösemittel. Reinigung des Extraktes, z. B. durch präparative Mehrschichtsäulenchromatographie mit Silica-Gel. Nach dem Einengen des Extraktes, Trennung der bromierten Diphenylether durch Kapillar-Gaschromatographie und Detektion durch Massenspektrometrie im SIM-Modus (en: selected ion monitoring) nach Elektronenstoß-ionisierung (EI) oder nach negativer chemischer Ionisierung (NCI). Für die Quantifizierung wird die interne Standardisierung über das gesamte Verfahren verwendet.

4 Störungen

Bei Anwendung der GC-NCI/MS können 2,2',4,4',5,5'-Hexabrombiphenyl (BB-153) und Tetrabrombisphenol A mit BDE-154 und BDE-153 co-eluierten, beziehungsweise, wenn unpolare Kapillarsäulen verwendet werden, kann die Bestimmung durch andere BDE-Kongenerne gestört sein, da nur die Bromidionen $m/z = 79$ und $m/z = 81$ detektiert werden. Weiterhin können natürlich entstandene bromierte Verbindungen, wie halogenierte Bipyrrole oder bromierte Phenoxyanisole, als potentiell interferierende Stoffe betrachtet werden.

Eine Kontaminationsquelle ist der Einsatz von bromierten Diphenylethern als Flammschutzmittel in organischen Polymeren. Deshalb muss der Kontakt der Proben oder Reagenzien mit diesen organischen Polymeren vermieden werden. Eintragspfade sind Luftstaub, Kappen der Probenvials, Pasteurpipettenbälle und Recycling-Papier.

5 Reagenzien und Standards

Nur Reagenzien mit vernachlässigbar geringen Gehalten an bromierten Diphenylethern gegenüber den zu bestimmenden Konzentrationen verwenden. Dies muss durch Blindwertbestimmungen nachgewiesen werden. Um einem Abbau vorzubeugen, die Standards im Dunkeln und bei Temperaturen, die der Hersteller angibt, aufbewahren (Kalibrierlösungen sollten vorzugsweise bei etwa -18 °C aufbewahrt werden).

5.1 Lösemittel für die Extraktion, die Extraktreinigung und die Herstellung der Stammlösungen

Eine Vielzahl von Lösemitteln kann in Abhängigkeit von der spezifischen, zu analysierenden Probenmatrix und der Verfügbarkeit kommerziell hergestellter Standardlösungen verwendet werden, z. B. Toluol (C_7H_8), Aceton (Propanon, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$), oder Mischungen aus Aceton (Propanon, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) und Hexan (C_6H_{14}), Heptan (C_7H_{16}), iso-Octan (2,2,4-Trimethylpentan, C_8H_{18}), Nonan (C_9H_{20}), oder Dichlormethan (CH_2Cl_2) zur Rückstandsanalyse.

5.2 Referenzsubstanzen

Siehe Tabelle 1. Die Lösungen der Referenzsubstanzen sind kommerziell erhältlich.